

P21932.P03

10/030133
25 JAN 2002

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant : M. FRYDA et al.

Appl No. : Not Yet Assigned

PCT Branch

I.A. Filed : July 24, 2000

PCT/EP00/07076

For : X-RAY ANODE AND PROCESS FOR ITS MANUFACTURE

CLAIM OF PRIORITY

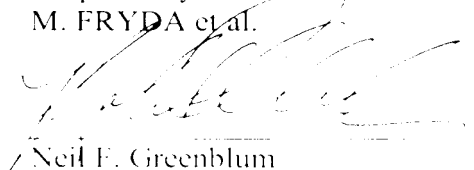
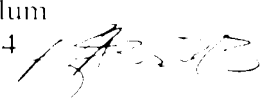
Commissioner of Patents and Trademarks

Washington, D.C. 20231

Sir:

Applicant hereby claims the right of priority granted pursuant to 35 U.S.C. 119 based upon German Application No. 199 34 987.8, filed July 26, 1999. The International Bureau already should have sent a certified copy of the German application to the United States designated office. If the certified copy has not arrived, please contact the undersigned.

Respectfully submitted,
M. FRYDA et al.


/ Neil F. Greenblum
Reg. No. 28,394 

January 25, 2002
GREENBLUM & BERNSTEIN, P.L.C.
1941 Roland Clarke Place
Reston, VA 20191
(703) 716-1191



BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 26 SEP 2000

WIPO PCT

Munich

02. Sep 2000

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

EP 00/09096

Aktenzeichen: 199 34 987.8

Anmeldetag: 26. Juli 1999

Anmelder/Inhaber: Fraunhofer Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung eV, München/DE

Bezeichnung: Röntgenanode und Verfahren zu ihrer Herstellung

IPC: H 01 J, G 21 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 28. August 2000
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident

[Handwritten signature]

Patentanmeldung:**Röntgenanode und Verfahren zu ihrer Herstellung**

5

Anmelderin:**Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.**

10

Beschreibung**Technisches Gebiet**

15

Die Erfindung betrifft eine Röntgenanode und ein Verfahren zu ihrer Herstellung. Die erfindungsgemäße Röntgenanode wird bevorzugt bei Röntgenapparaturen eingesetzt, bei welchen eine möglichst hohe Strahlungsintensität erforderlich ist. Besonders bevorzugt ist der Einsatz bei Röntgenmikroskopen, bei denen eine hohe Strahlungsintensität höchste Auflösungen gewährleistet.

Stand der Technik

20

Bei der Erzeugung von Röntgenstrahlung wird meist metallisches Anodenmaterial mit Elektronen beaufschlagt. Die durch charakteristische elektronische Übergänge entstehende Strahlung verlässt die Apparatur durch ein für die Röntgenstrahlung transparentes Fenster. Die Röntgenerzeugung erfolgt dabei zur Vermeidung von Absorption bei niedrigen Gasdrücken. Das transparente Fenster dient dazu, den Niederdruckbereich vom Aussenbereich abzutrennen.

25

Bekannt sind metallische Röntgenanoden, zum Beispiel aus Kupfer oder Molybdän, und ein Fenster aus Beryllium in einer Winkeltargetanordnung. Hierbei weisen Anode und das Berylliumfenster einen gewissen räumlichen Abstand auf und sind gegeneinander verkippt. Wird die erzeugte Röntgenstrahlung für röntgenmikroskopische Zwecke

eingesetzt, so haftet dieser Lösung der Nachteil an, dass wegen der unvermeidlichen Strahldivergenz zwischen Anode und abzubildendem Objekt die Auflösung nur recht mäßig ist. Auch ist Beryllium hoch toxisch und sollte daher als Fenstermaterial möglichst vermieden werden.

- 5 Als Alternative zu Berylliumfenstern als Strahlaustrittsfenster von Röntgenapparaturen schlägt die US 5,173,612 den Einsatz eines Diamantfensters von wenigen 10 μm Dicke vor. Da dickere Diamantfenster wegen der erhöhten Absorption durch Diamant ausscheiden, kommt es bei diesen dünnen Diamantfenstern jedoch zu erheblichen mechanischen Problemen. Die dünnen Diamantfenster können den Druckunterschied
- 10 von ungefähr 10^5 Pa zwischen Niederdruckbereich und Aussenbereich kaum standhalten und müssen durch entsprechende Stege aufwendig stabilisiert werden.

- Bekannt sind ferner sogenannte Mikrofokusquellen, bei denen sich das Anodenmaterial als Schicht auf einem Berylliumfenster befindet, und bei der die Anode mit einem möglichst stark fokussierten Elektronenstrahl beaufschlagt wird. Bei diesen
- 15 Mikrofokusquellen rückt die Anode bei der optischen Abbildung näher zum Objekt und die optische Auflösung kann gesteigert werden. Die Auflösung fällt dabei um so besser aus, je schärfer der die Anode beaufschlagende Elektronenstrahl auf die Anode fokussiert wird. Unter Vernachlässigung von Beugungserscheinungen wäre ein punktförmiger Fokus auf der Anode ideal. Bei einem punktförmigem Fokus tritt jedoch
- 20 das Problem auf, dass die durch den Elektronenbeschuss eingekoppelte Energie zu einem Aufschmelzen und/oder Abdampfen der Materialien und damit zu einer Abnahme von deren Lebensdauer kommt. Um das Abdampfen von Anodenmaterial zu kompensieren muss die Anode dicker gewählt werden. Eine dicke Anode führt jedoch dazu, dass die Röntgenstrahlung durch das Anodenmaterial selbst absorbiert wird. Die
- 25 Wahl eines dickeren Berylliumfensters scheidet aus dem gleichen Grund aus. Darüber hinaus weist diese Lösung den erheblichen Nachteil auf, dass es wegen der

besonders nachteilig und führt bei einem Bruch der Mikrofokusquelle wegen der dann erforderlichen Sicherheitsmassnahmen zur Sicherung des Personals zu unerwünschten Standzeiten der Apparatur. Aus diesen Gründen ist eine punktförmige Fokussierung nach dem Stand der Technik nur begrenzt möglich.

5 Darstellung der Erfindung

Der Erfindung liegt das technische Problem zugrunde, eine Röntgenanode bereitzustellen welche die Nachteile nach dem Stand der Technik weitestgehend vermeidet. Die Röntgenanode soll gesundheitlich unbedenklich sein und es insbesondere erlauben, mit einem wesentlich kleineren Fokus zu arbeiten als nach dem Stand der Technik.

Die Lösung dieses technischen Problems wird durch die im Anspruch 1 angegebenen Merkmale gelöst. Die verfahrensmäßige Aufgabe zur Herstellung einer derartigen Röntgenanode wird durch die Merkmale des Anspruchs 16 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

Erfindungsgemäß wurde erkannt, dass sich die Probleme durch eine Röntgenanode lösen lassen, bei der sich das Anodenmaterial auf einem Diamantfenster befindet.

Diamant scheint als Material für eine Mikrofokusquelle zunächst ungeeignet zu sein. **Diamant absorbiert mit einer Kernladungszahl von $Z=6$ die Röntgenstrahlung stärker als Beryllium mit $Z=4$.** Damit sollte zu erwarten sein, dass Diamantfenster eingesetzt werden müssen die dünner als Berylliumfenster sind, und dies mit den oben genannten mechanischen Problemen. Zudem kam bisher einzig Beryllium als Fenstermaterial in Betracht, da Beryllium ein gut wälzbares Metall ist, aus dem sich leicht Berylliumfenster herstellen lassen. Dieses Fenster dient nach dem Stand der Technik als Substrat für eine aufzubringende Metallanode.

Durch Experimente konnte jedoch nachgewiesen werden, dass diese Nachteile bei einem Substrat aus Diamant überkompensiert werden können. Entgegen allen Erwartungen ist es möglich, bei einer Röntgenanode auf einem Diamantfenster mit einem wesentlich kleineren Fokus zu arbeiten als bei einer Röntgenanode auf einem Berylliumfenster. Die Überkompensation liegt darin begründet, dass Diamant ein exzellenter Wärmeleiter ist, und dadurch die eingebrachte Wärmeenergie durch das Diamantsubstrat besonders effizient abtransportiert werden kann. Dadurch erwärmt sich der Fokusbereich weniger und es ist möglich stärker zu fokussieren. Dies führt wunschgemäß zu grösseren Strahlungsdichten. Umgekehrt erlaubt der Austausch des Berylliumfensters durch das Diamantsubstrat bei gleichbleibender Strahlungsdichte und Lebensdauer eine dünnere Anode mit geringerer Absorption von Röntgenstrahlung.

Es hat sich gezeigt, dass auch relativ dicke Diamantschichten mit sehr dünnen Anoden mit Vorteil eingesetzt werden können. In diesem Sinne eignen sich auch Diamantfenster von 50 µm bis 1000 µm Dicke, und noch besser zwischen 300 µm bis 700 µm Dicke. Bei derartigen Dicken ist ein effizienter Abtransport von Wärme und eine gute mechanische Stabilität gewährleistet.

Im Sinne der vorliegenden Erfindung kann ein polykristallines Diamantsubstrat bzw. Diamantfenster und auch ein Fenster aus einem Einkristall eingesetzt werden. Ein polykristallines Diamantsubstrat kann dabei besonders einfach über chemische Gasphasenabscheidung (englisch CVD: chemical vapour deposition) hergestellt werden, so zum Beispiel über Heissdraht-CVD oder Mikrowellen-CVD. Dies erlaubt auch die Herstellung grosser Diamantsubstrate zu mässigen Preisen. Die Abscheidung des Anodenmaterials erfolgt durch ein anderes Abscheideverfahren, so zum Beispiel mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (PVD).

Als Anodenmaterial kommen grundsätzlich Metalle, mehrere Lagen von Metall, oder

zwischen 1 μm und 25 μm , noch besser im Bereich zwischen 3 μm und 12 μm , und am besten bei 6 μm .

Die Schichten müssen keine konstanten Dicken aufweisen. Darunter soll verstanden werden, dass zum Beispiel für den Fall einer scheibenförmigen Mikrofokusquelle die
5 Scheibendicke nicht einheitlich sein muss. Die Scheibe kann zum Beispiel an den Rändern eine grössere Dicke aufweisen. Die oben angegebenen Dicken für die Schichten sind daher dahingehend zu verstehen, dass dies Dicken im Fokusbereich sind.

Um sicherzustellen dass stets ausreichend Anodenmaterial auf dem Diamant vorhanden
10 ist und nicht nach einer entsprechenden Anzahl von Betriebsstunden verdampft ist, kann für die erfindungsgemäße Röntgenanode ein Temperatursensor vorgesehen sein. Eine elegante Möglichkeit hierzu besteht in der Verwendung des Diamantfensters als Thermistor, d.h. in der Ausnutzung der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstands des Diamantfensters. Der Anwender hat dann nach entsprechender
15 Eichung nur noch den optimalen Arbeitspunkt hinsichtlich gewünschter Strahlungsintensität bei minimaler Verdampfungsrate einzustellen. Dies erleichtert es, eine thermisch bedingte Beschädigung der erfindungsgemäßen Röntgenanode zu vermeiden. Selbst für den Fall, dass nach einer entsprechenden Anzahl von Betriebsstunden ein Teil des Anodenmaterials verdampft ist, wird das Diamantfenster als
20 thermisch ungemein stabiles Material meist noch vollkommen in Takt sein. Für diesen Fall kann im Rahmen von Wartungsarbeiten das restliche Anodenmaterial chemisch entfernt und das Diamantfenster neu beschichtet werden. Die Wahl von Diamant als Fenstermaterial erlaubt damit eine preiswerte Instandsetzung der erfindungsgemäßen Röntgenanode bei gleichzeitiger Wiederverwendung des Diamantfensters.

25 In der einfachsten Ausführungsform befindet sich das Anodenmaterial vollflächig auf dem Diamantsubstrat. Je nach Besonderheiten der Herstellung oder des geplanten Einsatzes der Mikrofokusquelle kann es jedoch ausreichen, wenn nur ein Teil der

Diamantschicht mit dem Anodenmaterial bedeckt ist. Abhängig von der Haftung des Anodenmaterials auf dem Diamantsubstrat kann es ausreichen, das Anodenmaterial direkt auf die Diamantschicht aufzubringen. Bei schlechterer Haftung kann jedoch eine haftungsvermittelnde Zwischenschicht vorteilhaft sein. Ebenso kann eine

5 Zwischenschicht dann vorteilhaft sein, wenn möglichst monochromatische Strahlung die Röntgenanode verlassen soll. In diesem Fall übt die Zwischenschicht die Funktion eines Strahlungsfilters und/oder Monochromators aus.

Bei Untersuchungen hat sich ferner gezeigt, dass bei gleicher Strahlungsleistung mit der erfindungsgemäßen Röntgenanode temperaturempfindliche Proben besser untersucht

10 werden können als mit dem Vergleichsanode mit Berylliumfenster. Wegen der exzellenten Wärmeleitung von Diamant liegen nämlich auf der dem Atmosphärenbereich zugewandten Seite geringere Temperaturen vor was es erlaubt, die Proben bei der Untersuchung näher am Fenster zu platzieren. Dies wiederum führt zu einer besseren optischen Auflösung.

15 Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird im folgenden näher beschrieben.

Auf einem Hilfssubstrat wird mittels Heissdraht-CVD eine polykristalline Diamantschicht (1) von 250 μm Dicke abgeschieden. Nach dem Entfernen des Hilfssubstrats wird auf dieser Diamantschicht mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (PVD) eine Wolframschicht (2) von 6 μm Dicke abgeschieden. Die Wolframschicht bedeckt die

20 Diamantschicht vollflächig. Die Röntgenquelle wird mittels einer Klemmvorrichtung (3) in das Gehäuse (4) eines kommerziellen Röntgenmikroskops eingebaut, wobei zur Gewährleistung eines stabilen Vakuums Dichtringe (4) eingesetzt werden. Die einzige **Fig. 1** zeigt diese Mikrofokusquelle in eingebauten Zustand. Durch punktuelle Beaufschlagung der Röntgenanode mit Elektronen e^- wird Röntgenstrahlung $h\nu$ erzeugt.

25 Mit dieser Röntgenanode wird die maximal erreichbare Strahlungsdichte gemessen.

Patentansprüche

1. Röntgenanode, **dadurch gekennzeichnet**, dass sich das Anodenmaterial auf einem
Diamantfenster befindet.
5
2. Röntgenanode nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass es sich um ein
polykristallines Diamantfenster handelt.
3. Röntgenanode nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass es sich bei dem
Diamantfenster um einen Einkristall handelt.
10
4. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch
gekennzeichnet**, dass die Dicke des Diamantfensters im Bereich von 50 µm bis
2000 µm liegt.
15
5. Röntgenanode nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Dicke des
Diamantfensters im Bereich von 300 µm bis 700 µm liegt.
6. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch
gekennzeichnet**, dass das Anodenmaterial ein Metall, eine Legierung oder mehrere
Lagen von Metall ist.
20
7. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch
gekennzeichnet**, dass die Anodenmaterialdicke zwischen 1 µm und 25 µm beträgt.
25
8. Röntgenanode nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die
Anodenmaterialdicke zwischen 3 µm und 12 µm beträgt.

9. Röntgenanode nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Anodenmaterialdicke 6 μm ist.
- 5 10. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Anodenmaterial das Fenster vollflächig bedeckt.
11. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Anodenmaterial das Fenster teilweise bedeckt.
- 10 12. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine Zwischenschicht zwischen Röntgenanode und Diamantfenster vorgesehen ist.
- 15 13. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zwischenschicht eine haftvermittelnde Schicht ist.
14. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zwischenschicht ein Strahlungsfiler ist.
- 20 15. Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Temperatursensor vorgesehen ist.
16. Röntgenanode nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Temperatursensor das Diamantfenster vorgesehen ist
- 25 17. Verfahren zur Herstellung einer Röntgenanode, insbesondere zur Herstellung einer Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass

Schicht abgeschieden wird.

18. Verfahren nach Anspruch 17, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Beschichtung des Hilfssubstrats mittels Heissdraht-CVD oder Mikrowellen-CVD erfolgt.

5

19. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 18, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine Diamantschicht mit einer Dicke von 50 µm bis 1000 µm abgeschieden wird.

10

20. Verfahren nach Anspruch 19, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine Diamantschicht mit einer Dicke von 300 µm bis 700 µm abgeschieden wird.

21. Verwendung einer Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16 für Röntgenapparaturen.

15

22. Verwendung einer Röntgenanode nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16 für Röntgenmikroskope

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft eine Röntgenanode und ein Verfahren zu ihrer Herstellung. Die Röntgenanode ist dadurch gekennzeichnet, dass sich das Anodenmaterial als Schicht auf einem Diamantfenster befindet. Die Röntgenanode wird bevorzugt bei Röntgenapparaturen eingesetzt, bei welchen eine möglichst punktuelle Röntgenstrahlungserzeugung zu Erzielung einer möglichst hohen Strahlungsintensität erforderlich ist. Besonders bevorzugt ist der Einsatz bei Röntgenmikroskopen, bei denen eine hohe Strahlungsintensität höchste Auflösungen gewährleistet.

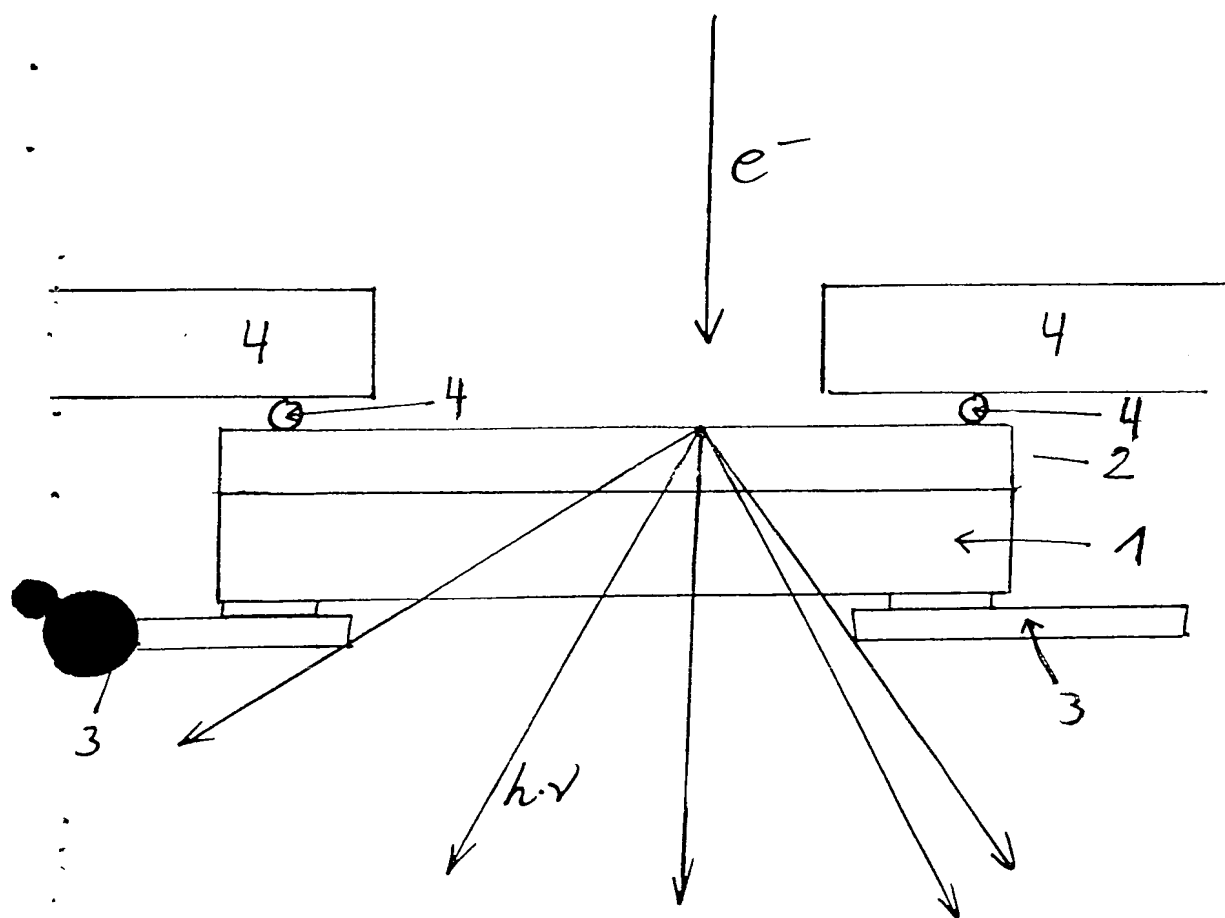


Fig. 1